

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Applicants: HIDEAKI YAMASAKI ET AL

Serial No.: 10/615,926 Group Art Unit: 2878

Filed: JULY 10, 2003 Confirmation No.: 9914

Title: FILM-FORMATION APPARATUS AND SOURCE SUPPLYING APPARATUS THEREFOR, GAS CONCENTRATION MEASURING METHOD

Customer No.: 23911

CLAIM FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. §119

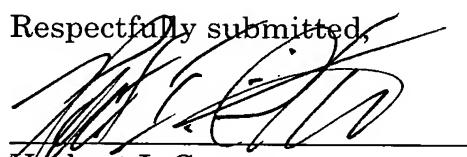
Commissioner for Patents
P.O. Box 1450
Alexandria, VA 22313-1450

Sir:

The benefit of the filing dates of prior foreign application No. 2002-201532, filed in Japan on July 10, 2002, and foreign application No. 2003-191044, filed in Japan on July 3, 2003, is hereby requested and the right of priority under 35 U.S.C. §119 is hereby claimed.

In support of this claim, filed herewith are certified copies of the original foreign applications.

October 21, 2003

Respectfully submitted,

Herbert I. Cantor
Registration No. 24,392

CROWELL & MORING, LLP
P.O. Box 14300
Washington, DC 20044-4300
Telephone No.: (202) 624-2500
Facsimile No.: (202) 628-8844
HIC/mys

PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

This is to certify that the annexed is a true copy
of the following application as filed with this office.

Date of Application: July 10, 2002

Application Number: No. 2002-201532
[ST.10/C]: [JP 2002-201532]

Applicant(s) TOKYO ELECTRON LIMITED

May 30, 2003

Commissioner,
Japan Patent Office Yasuo Imai (Seal)

Certificate No.2003-3041224

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日

Date of Application: 2002年 7月10日

出願番号

Application Number: 特願2002-201532

[ST.10/C]:

[JP2002-201532]

出願人

Applicant(s): 東京エレクトロン株式会社

2003年 5月30日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

太田 信一郎

出証番号 出証特2003-3041224

【書類名】 特許願

【整理番号】 JPP020037

【提出日】 平成14年 7月10日

【あて先】 特許庁長官 及川 耕造 殿

【国際特許分類】 H01L 21/00

G01N 21/35

【発明者】

【住所又は居所】 東京都港区赤坂五丁目3番6号 TBS放送センター
東京エレクトロン株式会社内

【氏名】 山▲崎▼ 英亮

【発明者】

【住所又は居所】 東京都港区赤坂五丁目3番6号 TBS放送センター
東京エレクトロン株式会社内

【氏名】 河野 有美子

【特許出願人】

【識別番号】 000219967

【氏名又は名称】 東京エレクトロン株式会社

【代理人】

【識別番号】 100070150

【弁理士】

【氏名又は名称】 伊東 忠彦

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 002989

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 成膜装置及びこれに使用する原料供給装置

【特許請求の範囲】

【請求項1】 成膜室にソースガスをキャリアガスにより搬送する原料供給装置を備えた成膜装置であって、

上記原料供給装置は、上記ソースガスの濃度を測定する濃度測定手段と、

上記ソースガスの測定濃度に基づいて、上記キャリアガスに付加する不活性ガスの流量を増減する不活性ガス流量制御手段とを含むことを特徴とする、成膜装置。

【請求項2】 上記不活性ガスは、上記ソースガス搬送中の上記キャリアガスに付加される、請求項1記載の成膜装置。

【請求項3】 上記濃度測定手段は、上記キャリアガスに上記不活性ガスが付加された後の上記ソースガスの濃度を測定するように配置される、請求項1又は2記載の成膜装置。

【請求項4】 上記不活性ガス流量制御手段は、上記ソースガスの測定濃度が予め定められた適正な濃度範囲に属するように、上記キャリアガスに付加する不活性ガスの流量を増減する、請求項1乃至3のうちいずれか1項の成膜装置。

【請求項5】 上記濃度測定手段は、成膜前及び／又は成膜時の上記ソースガスの濃度を測定するように配置される、請求項1乃至4のうちいずれか1項の成膜装置。

【請求項6】 上記原料供給装置は、上記不活性ガスが付加された状態の上記キャリアガスが流れる流路を、上記成膜室に通じる第1の流路又は上記成膜室をバイパスする第2の流路に選択的に切り替える切替手段を更に含み、

上記濃度測定手段は、第1の流路又は第2の流路のいずれかに配置される、請求項1乃至5のうちいずれか1項の成膜装置。

【請求項7】 上記不活性ガス流量制御手段は、上記キャリアガスに付加する不活性ガスの流量を増減すると共に、上記不活性ガスを含む上記キャリアガスの流量が略一定となるように、上記キャリアガスの流量を増減する、請求項1乃至6のうちいずれか1項の成膜装置。

【請求項8】 上記キャリアガス及び上記不活性ガスは、同一の流路から導入され、上記不活性ガスは、上記キャリアガスが上記ソースガスを搬送する前に、別の流路の分流し、上記キャリアガスが上記ソースガスを搬送した後に、該キャリアガスの流路と合流する、請求項1乃至7のうちいずれか1項の成膜装置。

【請求項9】 上記不活性ガス流量制御手段は、上記別の流路に分流される流量を制御する、請求項1乃至8のうちいずれか1項の成膜装置。

【請求項10】 上記ソースガスは、使用温度での蒸気圧が266Paより低い低蒸気圧原料を気化して生成される、請求項1乃至9のうちいずれか1項の成膜装置。

【請求項11】 上記ソースガスは、W(CO)₆である、請求項1乃至9のうちいずれか1項の成膜装置。

【請求項12】 上記濃度測定手段は、フーリエ変換赤外分光光度計である、請求項1乃至11のうちいずれか1項の成膜装置。

【請求項13】 請求項1乃至11のうちいずれか1項の成膜装置が備える原料供給装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、一般にCVD成膜装置に係り、より詳細には、フーリエ変換赤外分光光度計を用いてソースガスの濃度を監視・制御するCVD成膜装置に関する。

【0002】

【従来の技術】

半導体装置のCVD法（化学的気相成長法）による成膜において、液体原料若しくは固体原料を溶媒に溶解して液体状態にしたものを作成処理容器近傍の気化器まで搬送し、当該気化器で気化させてから成膜処理容器に導入することや、或いは、液体原料若しくは固体原料を加熱し気化させ、その気体の流量若しくは圧力を制御しつつ成膜処理容器に導入することが行われる。

【0003】

このとき、ソースガスの濃度は、前者の場合には気化器に搬送する液体の量を

、後者の場合には気体の流量や圧力を調整することによって容易に制御できるため、特にソースガスの濃度を監視する必要はなかった。

【0004】

ところで、最近の半導体装置で使われる高誘電体膜や強誘電体膜、あるいはこのような高誘電体膜や強誘電体膜を使う半導体装置で使われるW膜やRu膜などの成膜処理の場合のように、使用する原料の蒸気圧が低く、原料を加熱しても十分な量のガスを得られない場合には、原料を所定の温度に保持して得られた僅かな蒸気であるソースガスを、キャリアガスを用いて処理容器に搬送することが行われる。この場合、ソースガスの供給にはキャリアガスが介入するので、処理容器に供給されるソースガスの濃度を正確に検知することが困難である。また、特に原料が固体である場合、キャリアガスと接する実効的な原料の表面積の変化に伴いソースガスの濃度が大きく変動しやすく、また、液体に比して伝熱が悪い故に温度ムラが生じやすく、ソースガスの濃度が適正な濃度範囲から逸脱し易い傾向にある。

【0005】

従って、このような原料を用いてCVD法により成膜しようとするとソースガスの濃度測定あるいは濃度監視が不可欠になるが、アコースティック・エミッション(AE)を用いる濃度測定方法や比熱を用いる従来の濃度測定方法は、10 Torr (1330 Pa) 以下のような低圧下でソースガスの濃度を測定するのに適していないので、低蒸気圧の原料を用いた成膜処理には使用できない。

【0006】

そこで、従来から、例えば特開2001-234348に開示される如く、フーリエ変換赤外分光光度計(FTIR)を用いてガスの濃度を測定し、当該測定結果に基づいて、ガス流量を制御する成膜装置が知られている。この従来の成膜装置では、複数のガスの混合比をFTIRにより測定し、複数のガスを成膜処理容器に送り込むキャリアガスの流量を調整することにより、複数のガスの混合比の調整が行われている。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、フーリエ変換赤外分光光度計を使用する場合には、低圧下でソースガスの濃度を検知することができるが、当該濃度が適正な範囲から逸脱していると判断した場合であっても、当該濃度を直ちに適正な範囲に修正することは容易ではない。

【0008】

即ち、ソースガスの濃度が適正な範囲を逸脱していると判断したときに、上記従来の成膜装置の如く、キャリアガスの流量を増減させることとしても、当該キャリアガスの増減により搬送されるソースガスの変化量の予測が困難であり、直ちにソースガスの濃度を適正な範囲に修正することは容易ではない。また、キャリアガス中のソースガスの濃度が適正な範囲の下限値よりも小さい場合にキャリアガスの流量を増加するとソースガスがキャリアガスにより希釈されてしまい、実質的にソースガスの濃度を増加することにならない。

【0009】

また、ソースガスの濃度は、液体原料あるいは固体原料の温度を調整することによって制御することも可能であるが、温度の微調整が困難であると共に、温度の変化によるソースガスの濃度の応答性が悪く、迅速なソースガスの濃度の調整が必要とされる場合には適していない。

【0010】

そこで、本発明は、低蒸気圧原料を使用したCVD法による成膜においても、キャリアガス中のソースガスの濃度を高精度且つ迅速に調整できる、CVD成膜装置及びこれに使用する原料供給装置の提供を課題とする。

【0011】

【課題を解決するための手段】

本発明は上記の課題を、

請求項1に記載したように、成膜室にソースガスをキャリアガスにより搬送する原料供給装置を備えた成膜装置であって、

上記原料供給装置は、上記ソースガスの濃度を測定する濃度測定手段と、

上記ソースガスの測定濃度に基づいて、上記キャリアガスに付加する不活性ガスの流量を増減する不活性ガス流量制御手段とを含むことを特徴とする、成膜装

置により、又は、

請求項2に記載したように、上記不活性ガスは、上記ソースガス搬送中の上記キャリアガスに付加される、請求項1記載の成膜装置により、又は、

請求項3に記載したように、上記濃度測定手段は、上記キャリアガスに上記不活性ガスが付加された後の上記ソースガスの濃度を測定するように配置される、請求項1又は2記載の成膜装置により、又は、

請求項4に記載したように、上記不活性ガス流量制御手段は、上記ソースガスの測定濃度が予め定められた適正な濃度範囲に属するように、上記キャリアガスに付加する不活性ガスの流量を増減する、請求項1乃至3のうちいずれか1項の成膜装置により、又は、

請求項5に記載したように、上記濃度測定手段は、成膜前及び／又は成膜時の上記ソースガスの濃度を測定するように配置される、請求項1乃至4のうちいずれか1項の成膜装置により、又は、

請求項6に記載したように、上記原料供給装置は、上記不活性ガスが付加された状態の上記キャリアガスが流れる流路を、上記成膜室に通じる第1の流路又は上記成膜室をバイパスする第2の流路に選択的に切り替える切替手段を更に含み、

上記濃度測定手段は、第1の流路又は第2の流路のいずれかに配置される、請求項1乃至5のうちいずれか1項の成膜装置により、又は、

請求項7に記載したように、上記不活性ガス流量制御手段は、上記キャリアガスに付加する不活性ガスの流量を増減すると共に、上記不活性ガスを含む上記キャリアガスの流量が略一定となるように、上記キャリアガスの流量を増減する、請求項1乃至6のうちいずれか1項の成膜装置により、又は、

請求項8に記載したように、上記キャリアガス及び上記不活性ガスは、同一の流路から導入され、上記不活性ガスは、上記キャリアガスが上記ソースガスを搬送する前に、別の流路の分流し、上記キャリアガスが上記ソースガスを搬送した後に、該キャリアガスの流路と合流する、請求項1乃至7のうちいずれか1項の成膜装置により、又は、

請求項9に記載したように、上記不活性ガス流量制御手段は、上記別の流路に

分流される流量を制御する、請求項1乃至8のうちいずれか1項の成膜装置により、又は、

請求項10に記載したように、上記ソースガスは、使用温度での蒸気圧が266Paより低い低蒸気圧原料を気化して生成される、請求項1乃至9のうちいずれか1項の成膜装置により、又は、

請求項11に記載したように、上記ソースガスは、W(CO)₆である、請求項1乃至9のうちいずれか1項の成膜装置により、又は、

請求項12に記載したように、上記濃度測定手段は、フーリエ変換赤外分光光度計である、請求項1乃至11のうちいずれか1項の成膜装置により、又は、

請求項13に記載したように、請求項1乃至11のうちいずれか1項の成膜装置が備える原料供給装置により解決する。

【0012】

上記発明によれば、各被処理基板に対する成膜処理前若しくは成膜時にソースガスの濃度を制御し、成膜処理時に常に適正な濃度範囲のソースガスを処理容器内に供給することができる。これにより、良好な膜質の成膜を安定して実現できる。また、ソースガスは、付加される不活性ガスを含む状態で、適正な濃度範囲内の濃度となるように調整されているので、測定濃度が当該適正な濃度範囲の上限値を上回った場合には、不活性ガスの流量を増加し、逆に濃度範囲の下限値を下回った場合には、不活性ガスの流量を低減するといった制御により、当該逸脱を直ちに修正することができる。また、かかる逸脱を修正するために増減すべき希釈ガスの流量は、濃度測定手段による測定濃度及び予め定められた適正な濃度範囲のみに依存するので、キャリアガスの流量を増減するだけの制御の場合とは異なり、高精度、迅速且つ容易に予測可能である。

【0013】

また、ソースガスの濃度は、付加される不活性ガスを含む状態で測定されるので、実際の成膜時に供給するガスに近い状態で測定されることになる。特に成膜室の通じる流路での濃度を測定することとすると、成膜時に供給するガスに対して直接的に濃度を制御することができる。このような直接的な制御は、上述のように迅速に逸脱を修正できる本発明によってのみなしえる制御といえる。

【0014】

また、濃度測定手段としてフーリエ変換赤外分光光度計を使用することとすると、当該フーリエ変換赤外分光光度計は、低圧下においても高感度且つ高精度に原料の濃度を選択的に測定可能であるので、低蒸気圧の原料や、特に生成されるソースガスの量が変動しやすい低蒸気圧の固体原料を用いた成膜に好適となる。

【0015】

【発明の実施の形態】

【第1の実施形態】

図1は、本発明の第1の実施の形態によるCVD成膜装置100の構成を概略的に示す断面図である。

【0016】

図1を参照するに、このCVD成膜装置100は、気密構造の処理容器120と、処理容器120内の中央部に配設され、半導体基板101を保持し、電源に接続する加熱素子39が埋設された載置台130と、載置台130に対面するように設けられ、後述する原料供給ライン30から供給されるガスを処理容器120内に導入するシャワーヘッド110と、処理容器120の側壁に設けられ、半導体基板101を搬入・搬出するゲートバルブ140と、真空ポンプシステム37を有し、処理容器120を排気する排気ライン32とを備えている。

【0017】

図2は、本発明の第1の実施の形態による原料供給装置200の構成を概略的に示す。

【0018】

図2を参照するに、Ar、Kr、N₂、H₂などの不活性ガスは、原料供給ライン30を通って原料容器10に、質量流量制御装置(MFC)12Aを介して供給される。質量流量制御装置12Aは、原料容器10に供給する不活性ガスの流量を制御する。原料容器10には、成膜に使用する液体原料若しくは固体原料が収容される。ソースガスは、バブリング等によりこれらの原料が原料容器10で気化されて生成される。この原料容器10に供給される上記不活性ガスは、キャリアガスとして原料容器10から上記ソースガスを搬送する。即ち、ソースガ

スは、キャリアガスと共に、原料供給ライン30を通って原料容器10の出口から流出していく。尚、この原料供給ライン30の原料容器10の出口付近には、原料容器10内の圧力を検出する圧力計18が設けられる。

【0019】

原料供給ライン30には、圧力計18の後で合流する希釀ガスライン31が設けられる。この希釀ガスライン31には、Ar、Kr、N₂、H₂などの不活性ガスが質量流量制御装置(MFC)12Bを介して供給される。質量流量制御装置12Bは、原料供給ライン30に合流する不活性ガスの流量を制御する。この不活性ガスは、原料供給ライン30への合流の際に希釀ガスとして、原料容器10からのソースガス及びキャリアガスに混合され(以下、この3つのガスを含むガスを「混合ガス」という)、ソースガスの濃度を希釀することになる。この混合ガスは、原料供給ライン30を通って上述したようなCVD成膜装置100に供給される。

【0020】

CVD成膜装置100から反応ガス等を排気するための排気ライン32には、ターボ分子ポンプ(TMP)14が設けられてよく、更に後にドライポンプ(DP)16が設けられる。これらのポンプ14、16は、処理容器120内を所定の真空度に維持する。このターボ分子ポンプ14は、ドライポンプ16と協働して、処理容器120内の圧力を例えば1 Torr(133Pa)程の高真空にすることでき、低蒸気圧の原料を使用する成膜処理に特に必要とされる。

【0021】

原料供給ライン30には、原料容器10の後でCVD成膜装置100をバイパスするプリフローライン33が設けられる。このプリフローライン33には、原料供給ライン30からの混合ガスが供給される。この混合ガスは、バルブ26の開閉により、プリフローライン33或いはCVD成膜装置100に通じる原料供給ライン30に選択的に供給される。尚、このプリフローライン33は、成膜時にCVD成膜装置100に供給する混合ガスの流量を安定化し、当該混合ガスの濃度等を予め調整するためのガス流路である。従って、このプリフローライン33には、各半導体基板101を処理する前に、混合ガスが供給されることになる

【0022】

ところで、CVD成膜装置100に供給される混合ガスは、所望の成膜処理を実現するために、適正な濃度範囲のソースガスを含む必要がある。また、この混合ガスは、成膜処理ごとの膜質のバラツキを少なくするために、成膜処理毎に差異のない適正な濃度範囲のソースガスを含む必要がある。

【0023】

一方、ソースガスの供給には、上述したようにキャリアガス（希釈ガスを含む）が介在するので、気化器によってソースガスを直接的に供給する場合とは異なり、ソースガスの濃度を正確に検知することは困難である。また、ソースガスの濃度は、原料容器10内の圧力の変動や原料（特に固体原料）の表面積の変動に起因して変動しやすく、混合ガス中のソースガスの濃度を安定化させることは困難である。

【0024】

そこで、本発明の第1の実施の形態では、フーリエ変換赤外分光光度計を用いて、混合ガス中のソースガスの濃度を正確に検知すると共に、質量流量制御装置12B及び／又は12Aを用いて、混合ガス中のソースガスの濃度が常に適正な濃度範囲になるように、不活性ガスの流量を制御する。

【0025】

具体的には、本発明の第1の実施の形態によると、プリフローライン33に、図示は省略するが、レーザ光による波数モニタと、移動鏡とを有するフーリエ変換赤外分光光度計40（以下、これを「FTIR40」という）が設けられる。FTIR40は、干渉計と、赤外線検出手段と、演算処理部とを有する。このFTIR40は、赤外線を対象のガスに対して干渉計を介して照射し、赤外線検出手段により検出した出力値を演算処理し、当該ガスに含まれる各成分の吸収スペクトルに基づいてこれら成分の濃度を測定する。

【0026】

また、このプリフローライン33は、上述した排気ライン32にドライポンプ16の手前で合流される。従って、プリフローライン33は、ドライポンプ16

により所定の真空度に維持される。尚、このプリフローライン33が、アコースティック・エミッションでは測定できない10 Torr (1330 Pa)以下の低い圧力に維持される場合であっても、プリフローライン33のFTIR40によってソースガスの濃度の測定が可能となる。

【0027】

本実施態様では、プリフローライン33のFTIR40は、混合ガス中のソースガスの濃度を測定し（以下、FTIR40により測定された濃度を「測定濃度」という）、当該測定濃度を図示しない制御装置に対して出力する。尚、この制御装置は、FTIR40若しくは質量流量制御装置及び／又は12A自体に内蔵されていてもよい。制御装置は、FTIR40が出力する測定濃度が適正な濃度範囲を逸脱していると判断した場合には、質量流量制御装置12B及び／又は12Aにより不活性ガスの流量を増減させる制御を行う。

【0028】

以上説明した本発明の第1の実施形態によると、各被処理基板に対する成膜処理前に混合ガス中のソースガスの濃度が制御され、成膜処理毎に調整された濃度のソースガスが処理容器内に導入されるので、膜質の成膜処理毎のバラツキを低減することができる。また、FTIRを使用することによって、低い蒸気圧の原料を使用する成膜処理においても適用することができる。

【0029】

また、ソースガスの濃度は、キャリアガスに付加された希釀ガスを含んだ状態で、適正な濃度範囲内となるように初期的に調整されているので、後に原料の減少や原料の気化の低下に起因してソースガスの濃度が減少した場合であって、希釀ガスの流量を低減させることにより、混合ガス中のソースガスの濃度を直ちに増加させることができる。即ち、原料の減少等に起因してソースガスの濃度が減少した場合には、キャリアガスの流量を増加しても原料の気化が低下（特に固体原料の場合には、表面積が減少）しているためソースガスの濃度を実質的に増加させることにならないが、かかる場合であっても、希釀ガスの流量を低減させることにより、ソースガスの濃度を増加させることが可能である。尚、このとき、希釀ガスの流量を低減させると共に、キャリアガスの流量を増加させてもよい。

【0030】

また、かかる濃度の適正化のために増減すべき希釀ガスの流量は、希釀ガスがソースガスを含んでいない故に容易に決定することができる。即ち、希釀ガスの増減すべき流量は、FTIRによる測定濃度及び予め定められた適正な濃度範囲のみに基づいて容易に決定できる。よって、希釀ガスの流量の増減による濃度制御は、キャリアガスの流量の増減のみによる濃度制御の場合と異なり、ソースガスの濃度を高精度、迅速且つ容易に適正な濃度範囲に修正することができる。

【0031】

〔第2の実施形態〕

図3は、本発明の第2の実施の形態による原料供給装置200の構成を概略的に示す。

【0032】

図3を参照するに、Ar、Kr、N₂、H₂など不活性ガスは、原料供給ライン30を通って原料容器10に質量流量制御装置(MFC)12Aを介して供給される。質量流量制御装置12Aは、原料容器10に供給する不活性ガスの流量を制御する。原料容器10には、成膜に使用する液体原料若しくは固体原料が収容される。ソースガスは、これらの原料が原料容器10で気化されて生成される。この原料容器10に供給される上記不活性ガスは、キャリアガスとして上記ソースガスを原料容器10の出口から原料供給ライン30を通って搬送していく。

【0033】

本発明の第2の実施の形態によると、原料供給ライン30には、質量流量制御装置12Aの後で原料容器10をバイパスする希釀ガスライン31が設けられる。この希釀ガスライン31には、上記不活性ガスが原料供給ライン30から分流して供給される。この不活性ガスは、原料供給ライン30への合流(図中、B点)の際に希釀ガスとして、原料容器10から上記ソースガスを搬送するキャリアガスに混合され(以下、この3つのガスを含むガスを「混合ガス」という)、ソースガスの濃度を希釀することになる。希釀ガスの流量は、希釀ガスライン31に設けられたバルブ20により調整される。

【0034】

この混合ガスは、以下、上述の第1の実施の形態と同様に、原料供給ライン30を通って上述したようなCVD成膜装置100に、若しくはFTIR40を備えたプリフローライン33に選択的に供給される。

【0035】

プリフローライン33のFTIR40は、混合ガス中のソースガスの濃度を測定し（以下、FTIR40により測定された濃度を「測定濃度」という）、当該測定濃度を図示しない制御装置に対して出力する。制御装置は、FTIR40が出力する測定濃度が適正な濃度範囲を逸脱していると判断した場合には、希釀ガスの流量を増減させる制御を行う。

【0036】

以上説明した本発明の第2の実施形態によると、第1の実施形態と同様に、プリフローライン33のFTIR40によりソースガスの濃度を監視することよって、成膜された被処理基板毎の品質のバラツキを低減することができる。また、FTIRを使用することによって、低い蒸気圧の原料を使用する成膜処理においても適用することができる。また、混合ガス中のソースガスの濃度の適正な範囲からの逸脱は、希釀ガスの流量を増減させることにより、直ちに修正することができる。

【0037】

また、希釀ガスの流量は、希釀ガスライン31のバルブ20により調整されるので、単一の質量流量制御装置12Aを用いて希釀ガス及びキャリアガスの双方の流量を調整することができる。また、希釀ガスライン31は原料供給ライン30から分流して再び合流するので、分流前における不活性ガスの流量は、合流地点Bにおける不活性ガスの流量と略同一となる。これにより、希釀ガスの流量の増減によるソースガスの濃度を制御しつつ、CVD成膜装置100に供給される混合ガスの流量を一定に保つことができ、各被処理基板に形成される膜の膜質のバラツキを簡易な構成でより一層低減することができる。

【0038】

【第3の実施形態】

図4は、本発明の第3の実施の形態による原料供給装置200の構成を概略的

に示す。

【0039】

図4を参照するに、Ar、Kr、N₂、H₂などの不活性ガスは、原料供給ライン30を通って原料容器10に、質量流量制御装置(MFC)12Aを介して供給される。質量流量制御装置12Aは、原料容器10に供給する不活性ガスの流量を制御する。原料容器10には、成膜に使用する液体原料若しくは固体原料が収容される。ソースガスは、これらの原料が原料容器10で気化されて生成される。この原料容器10に供給される上記不活性ガスは、キャリアガスとして原料容器10から上記ソースガスを搬送する。尚、この原料供給ライン30の原料容器10の出口付近には、原料容器10内の圧力を検出する圧力計18が設けられる。

【0040】

原料供給ライン30には、圧力計18の後で合流する希釈ガスライン31が設けられる。この希釈ガスライン31には、Ar、Kr、N₂、H₂などの不活性ガスが質量流量制御装置(MFC)12Bを介して供給される。質量流量制御装置12Bは、原料供給ライン30に合流する不活性ガスの流量を制御する。この不活性ガスは、原料供給ライン30への合流の際に希釈ガスとして、原料容器10からのソースガス及びキャリアガスに混合され（以下、この3つのガスを含むガスを「混合ガス」という）、ソースガスの濃度を希釈することになる。この混合ガスは、原料供給ライン30を通って上述したようなCVD成膜装置100に供給される。尚、本実施形態において、以上の希釈ガスライン31及び希釈ガスライン31の構成を上述の第2の実施形態と同様の構成としてもよい。

【0041】

CVD成膜装置100から反応ガス等を排気するための排気ライン32には、ターボ分子ポンプ(TMP)14が設けられてよく、更に後にドライポンプ16が設けられる。これらのポンプ14、16は、処理容器120内を所定の真空度に維持する。このターボ分子ポンプ14は、ドライポンプ16と協働して、処理容器120内の圧力を例えば1 Torr (133 Pa)以下の高真空にすることができる、低蒸気圧の原料を使用する成膜処理に特に必要とされる。

【0042】

原料供給ライン30には、原料容器10の後でCVD成膜装置100をバイパスするプリフローライン33が設けられる。このプリフローライン33には、原料供給ライン30からの混合ガスが供給される。この混合ガスは、バルブ26の開閉により、プリフローライン33或いはCVD成膜装置100に通じる原料供給ライン30に選択的に供給される。尚、このプリフローライン33は、成膜時にCVD成膜装置100に供給する混合ガスの流量を安定化し、当該混合ガスの濃度等を予め調整するためのガス流路である。このプリフローライン33は、上述した排気ライン32にドライポンプ16の手前で合流される。従って、プリフローライン33は、ドライポンプ16により所定の真空中に維持される。

【0043】

ところで、上述した第1及び第2の実施形態においては、CVD成膜装置100に供給される混合ガスの濃度をプリフローライン33に設置するFTIR40によって監視していた。しかしながら、プリフローライン33に供給していた混合ガスをCVD成膜装置100に通じる原料供給ライン30に切り替えて供給すると、各ラインの配管径の相違、処理容器120の存在及び真空ポンプシステム37の相違（原料容器10内の圧力の相違）に起因して、当該切り替え前後でソースガスの濃度が変化することになる。特に低蒸気圧原料を用いて成膜する場合には、原料容器10内の圧力は、気化の促進のためにターボ分子ポンプ14により1 Torr (133 Pa) 以下の低圧に維持されることもあり、プリフローライン33使用時にドライポンプ16のみにより原料容器10内の圧力をかかる低圧に維持することは可能でない。

【0044】

かかる場合であっても、上述した第1及び第2の実施形態のように、各成膜処理の前にプリフローライン33を流れる混合ガス中のソースガスの濃度を所定の範囲内に保つことで、各被処理基板に形成される膜の膜質の各成膜処理間でのバラツキを低減することは可能である。しかしながら、CVD成膜装置100に実際に導入される混合ガス中のソースガスの濃度を制御することができれば更に有用である。一方、CVD成膜装置100に導入される混合ガスは、現に成膜に使

用されているガスであるので、当該混合ガス中のソースガスの濃度を長時間かけて調整することは却って不適切となる場合がある。本発明では、上述したように希釈ガスの増減により直ちにソースガスの濃度の逸脱を修正できるので、CVD成膜装置100に実際に導入される混合ガス中のソースガスの濃度を制御することが可能となる。

【0045】

具体的には、本発明の第3の実施の形態によると、CVD成膜装置100に導入される混合ガス中のソースガスの濃度を測定するため、CVD成膜装置100に通じる原料供給ライン30にFTIR40が設けられる。尚、この原料供給ライン30は、低蒸気圧の原料の気化を促進するため、ターボ分子ポンプ14及びドライポンプ16により1 Torr (133 Pa) 以下の低圧に維持されてよい。かかる場合であっても、ソースガスの濃度はFTIR40によって高精度に測定可能である。

【0046】

本実施態様では、CVD成膜装置100に通じる原料供給ライン30のFTIR40は、混合ガス中のソースガスの濃度を測定し（以下、FTIR40により測定された濃度を「測定濃度」という）、当該測定濃度を図示しない制御装置に対して出力する。制御装置は、上述した実施態様と同様に、FTIR40が出力する測定濃度が適正な濃度範囲を逸脱していると判断した場合には、質量流量制御装置12B及び／又は12Aにより不活性ガスの流量を増減させる制御を行う。

【0047】

以上説明した本発明の第3の実施形態によると、上述した実施形態と同様に、希釈ガスの流量を増減させることにより、混合ガス中のソースガスの濃度の適正な範囲からの逸脱を直ちに修正することができる。

【0048】

また、CVD成膜装置100に通じる原料供給ライン30のFTIR40により、実際に成膜に使用する混合ガス中のソースガスの濃度を制御することができる。従って、現に成膜処理に使用されている混合ガス中のソースガスの濃度を監

視し、ソースガスの濃度が適正な範囲からの逸脱した場合には、当該逸脱を直ちに修正することが可能である。これにより、常に適正な範囲の濃度のソースガスを用いて成膜処理を実行することができ、常に所望の膜質を維持できると共に各処理間での品質の均一化を図ることができる。

【0049】

【第4の実施形態】

図5は、本発明の第4の実施の形態による原料供給装置200の構成を概略的に示す。

【0050】

図5を参照するに、Ar、Kr、N₂、H₂などの不活性ガスは、原料供給ライン30を通じて原料容器10に、質量流量制御装置(MFC)12Aを介して供給される。質量流量制御装置12Aは、原料容器10に供給する不活性ガスの流量を制御する。原料容器10には、成膜に使用する液体原料若しくは固体原料が収容される。ソースガスは、これらの原料が原料容器10で気化されて生成される。この原料容器10に供給される上記不活性ガスは、キャリアガスとして原料容器10から上記ソースガスを搬送する。尚、この原料供給ライン30の原料容器10の出口付近には、原料容器10内の圧力を検出する圧力計18が設けられる。

【0051】

原料供給ライン30には、圧力計18の後で合流する希釈ガスライン31が設けられる。この希釈ガスライン31には、Ar、Kr、N₂、H₂などの不活性ガスが質量流量制御装置(MFC)12Bを介して供給される。質量流量制御装置12Bは、原料供給ライン30に合流する不活性ガスの流量を制御する。この不活性ガスは、原料供給ライン30への合流の際に希釈ガスとして、原料容器10からのソースガス及びキャリアガスに混合され(以下、この3つのガスを含むガスを「混合ガス」という)、ソースガスの濃度を希釈することになる。この混合ガスは、原料供給ライン30を通じて上述したようなCVD成膜装置100に供給される。尚、本実施形態において、以上の希釈ガスライン31及び希釈ガスライン31の構成を上述の第2の実施形態と同様の構成としてもよい。

【0052】

原料供給ライン30には、原料容器10の後でCVD成膜装置100をバイパスするプリフローライン33が設けられる。このプリフローライン33には、原料供給ライン30からの混合ガスが供給される。この混合ガスは、バルブ26の開閉により、プリフローライン33或いはCVD成膜装置100に通じる原料供給ライン30に選択的に供給される。尚、このプリフローライン33は、成膜時にCVD成膜装置100に供給する混合ガスの流量を安定化し、当該混合ガスの濃度等を予め調整するためのガス流路である。このプリフローライン33は、上述した排気ライン32にドライポンプ16の手前で合流される。従って、プリフローライン33は、ドライポンプ16により所定の真空中に維持される。

【0053】

本発明の第4の実施の形態によると、CVD成膜装置100に導入される混合ガス中のソースガスの濃度及びプリフローライン33を流れる混合ガス中のソースガスの濃度の双方を測定可能とするため、原料供給ライン30には、希釈ガスライン31の合流後且つプリフローライン33の分岐前にFTIR40が設けられる。FTIR40は、図5に示すように、原料供給ライン30からバイパスするバイパスライン35に設けられてよい。このバイパスライン35にはバルブ21、25が設けられ、バイパスライン35がバイパスする原料供給ライン30の部位にはバルブ23が設けられる。混合ガスは、これらのバルブ21、23、25の開閉により、バイパスライン35若しくは原料供給ライン30に選択的に供給されてよい。これにより、ソースガスの濃度を測定する場合には、混合ガスをバイパスライン35に供給し、ソースガスの濃度を測定する必要がない場合には、原料供給ライン30に供給するという使い分けが可能となる。

【0054】

以上説明した本発明の第4の実施形態によると、上述した実施形態と同様に、混合ガス中のソースガスの濃度の適正な範囲からの逸脱は、希釈ガスの流量を増減させることにより直ちに修正することができる。

【0055】

また、FTIR40が、CVD成膜装置100に導入されるソースガスの濃度

及びプリフローライン33でのソースガスの濃度の双方を測定できるように配置されているので、成膜に使用する前のソースガスの濃度のみならず実際に成膜に使用するソースガスの濃度を制御することができる。従って、現に成膜処理に使用されている混合ガス中のソースガスの濃度を監視し、ソースガスの濃度が適正な範囲からの逸脱した場合には、当該逸脱を直ちに修正することが可能である。また、実際に成膜に使用する混合ガスは、プリフローライン33を使用している際に既にソースガスの濃度を調整されたものであるので、CVD成膜装置100に導入されるソースガスの濃度が初期的に適正な範囲から大きく逸脱していることがない。この結果、成膜処理中に希釈ガスの流量を大きく増減してソースガスの濃度を急激に変化させることができなくなり、一層安定した成膜処理を実現できる。

【0056】

尚、上述した各実施態様は、1種類のソースガスを使用した成膜処理に関するものであったが、本発明は、2種類以上のソースガスを使用する成膜処理に対しても適用できる。かかる場合、上述したようなCVD成膜装置に各ソースガスを供給する当該2種類以上の原料供給ラインが、上述した各実施態様と同様の構成を有することになる。

【0057】

また、上述した各実施態様において、プリフローライン33は、排気ライン32にドライポンプ16の手前で合流するように示されている。この場合、プリフローライン33にFTIR40を設置すると、ソースガスが実際にCVD成膜装置100に流れるときと比して高い圧力状態で、濃度が測定されることになる。これを避けて、CVD成膜装置100に流れるときと同じ圧力で濃度測定したい場合には、FTIR40の排気側からドライポンプ16の手前に合流するまでの配管を太くしたり、プリフローライン33をドライポンプ16の手前ではなくターボ分子ポンプ14の手前で排気ライン32に合流させたり、或いは、合流の手前に図示しない圧力調整弁を設け、FTIR40が濃度測定するときのセルの圧力を、成膜時の配管圧力に相当するように調整してもよい。

【0058】

次に、上述した各実施態様における制御装置による制御方法について言及する。

【0059】

図6は、制御装置により実行される、混合ガス中のソースガスの濃度を制御するための制御ルーチンの一実施例を示す。尚、この制御装置は、図示は省略するが、CPUを中心として構成されるマイクロコンピュータからなり、混合ガス中のソースガスの目標濃度C1、希釀ガスの流量の初期設定値Q1、及びキャリアガスの流量の初期設定値Q2をRAM等のメモリに記憶している。

【0060】

ステップ300では、マイクロコンピュータは、メモリの記憶値に基づき、希釀ガスの流量をQ1とし、キャリアガスの流量をQ2とする制御信号を生成し、質量流量制御装置12A、12Bに送信する。

【0061】

ステップ302では、マイクロコンピュータは、FTIRから入力される測定濃度C2に応答して、測定濃度C2が目標濃度C1になるように希釀ガスの流量及びキャリアガスの流量を決定する。代替的に、マイクロコンピュータは、測定濃度C2が目標濃度C1を基準として許容範囲から逸脱しているか否かを判断し、逸脱していると判断した場合にのみ、測定濃度C2が上記許容範囲内になるように希釀ガスの流量及びキャリアガスの流量を決定することとしてもよい。

【0062】

本実施例では、希釀ガス及びキャリアガスの全体流量を調整前後で一定とし、調整後の希釀ガスの流量を $Q1' = Q1 + \beta$ 、調整後のキャリアガスの流量を $Q2' = Q2 - \beta$ と表わし、 β を決定する。

【0063】

即ち、イニシャルルーチンのステップ302では、 β に $-Q2/10$ 若しくは $+Q2/10$ が代入され、初期設定値Q1、Q2をそれぞれ $Q1'$ 、 $Q2'$ に更新してメモリに記憶され、対応する制御信号が質量流量制御装置12A、12Bに送信される。以後、FTIRからの入力に応答して、ステップ302の処理が繰り返される。

【0064】

そして、次のルーチンのステップ302では、新たに測定された測定濃度C2と目標濃度C1との差が小さくなる符合で、且つ、前回のルーチンで決定及び代入された β （前回のルーチンがイニシャルルーチン場合、 β は、 $-Q2/10$ 若しくは $+Q2/10$ ）より小さい絶対値の新たな β が決定及び代入され、同様に、初期設定値Q1、Q2をそれぞれQ1'、Q2'に更新してメモリに記憶され、対応する制御信号が質量流量制御装置12A、12Bに送信される。

【0065】

〔実施例1〕

図7は、FTIRによる測定結果として、有機金属ガスW(CO)₆（ヘキサカルボニルタンゲステン）の赤外吸収スペクトル（横軸を波数、縦軸を透過率で表示）を示す。この図7から、有機金属ガスW(CO)₆のカルボニル基(=CO)に対応した特性吸収が、波数(cm^{-1}) 2900、1900、及び500付近で現れていることがわかる。

【0066】

W(CO)₆ガスの濃度変化に対するFTIRの感度を確認するため、原料容器の温度を未加熱(25°C)、45°C、60°Cの3通りとし、キャリアガスとしてアルゴンガスを50 sccm (1 sccmは、0°C・1気圧の流体が1 cm³流れることを意味する)流通させた。FTIRは、第3の実施形態で示した位置（即ち、プリフローラインではなく、成膜装置の手前の位置）に設置した。このとき、FTIRのセル部の圧力は、それぞれ80 Pa、85 Pa、87 Paとなり、カルボニル基のピーク強度から換算される吸光度を1330 Pa (10 Torr)で補正した値は、それぞれ0.337, 0.656, 1.050であった。この結果から、低圧力においてもFTIRの感度が十分高いことが確認され、上記各波数でのピーク強度の変化に基づいてW(CO)₆ガスの濃度の変化を監視できることがわかった。

【0067】

〔実施例2〕

W(CO)₆を原料とし、アルゴンガスをキャリアガス及び希釈ガスとして用

いた。FTIRを第3の実施形態で示した位置（即ち、プリフローラインではなく、成膜装置の手前の位置）に設置し、原料容器の温度を45°Cとし、キャリアガス50 sccm、希釈ガス10 sccmを流通させた。このとき、カルボニル基のピーク強度から換算される吸光度を1330 Pa (10 Torr) で補正した値は、0.235であった。

【0068】

5分の流通の間に、吸光度が0.267に変化したため、希釈ガスの流量を僅かずつ増加方向に調整し、希釈ガス12 sccmとしたところで、吸光度を0.233に戻すことができた。

【0069】

【実施例3】

W(CO)₆を原料とし、熱CVD法によりタングステン膜を成膜した。原料容器10の温度は60°Cとした。キャリアガスは、アルゴンガスで流量を300 sccmとし、希釈ガスは、アルゴンガスで流量を100 sccmとした。

【0070】

また、低蒸気圧原料（60°Cの蒸気圧が約106 Pa）であるW(CO)₆の気化を促進し、成膜速度を向上すべく、ターボ分子ポンプ及びドライポンプを作動させ、処理容器内の圧力0.15 Torr (約20 Pa)、原料供給ラインの圧力1.5 Torr (約200 Pa)を実現した。

【0071】

基板温度450°Cの条件で成膜処理を実施したところ、成膜速度7.1 nm/minでタングステン膜が形成され、当該タングステン膜の比抵抗は27 μΩ cmであった。

【0072】

以上、本発明の好ましい実施形態について詳説したが、本発明は、上述した実施形態に制限されることはなく、本発明の範囲を逸脱することなく、上述した実施形態に種々の変形及び置換を加えることができる。例えば、上述した実施形態においては、プリフローライン33にはドライポンプ16のみが設けられているが、低蒸気圧の原料を使用する成膜処理に対応して、プリフローライン33にタ

一ボ分子ポンプが新たに設けられ、更にプリフローライン33の配管径が調整されてもよい。これにより、プリフローライン33のFTIR40は、成膜時に原料供給ライン30を流れる場合と非常に近い条件で、ソースガスの濃度を測定することが可能となる。

【0073】

【発明の効果】

本発明は、以上説明したようなものであるから、以下に記載されるような効果を奏する。本発明によれば、各被処理基板に対する成膜処理前若しくは成膜時にソースガスの濃度を制御し、成膜処理時に常に適正な濃度範囲のソースガスを処理容器内に供給することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】

CVD成膜装置100の構成を概略的に示す断面図である。

【図2】

本発明の第1の実施の形態による原料供給装置200の構成を概略的に示す図である。

【図3】

本発明の第2の実施の形態による原料供給装置200の構成を概略的に示す図である。

【図4】

本発明の第3の実施の形態による原料供給装置200の構成を概略的に示す図である。

【図5】

本発明の第4の実施の形態による原料供給装置200の構成を概略的に示す図である。

【図6】

混合ガス中のソースガスの濃度を制御するための処理の一例を示すフローチャートである。

【図7】

FTIRによる測定結果としてW(CO)₆の赤外吸収スペクトルを示す図である。

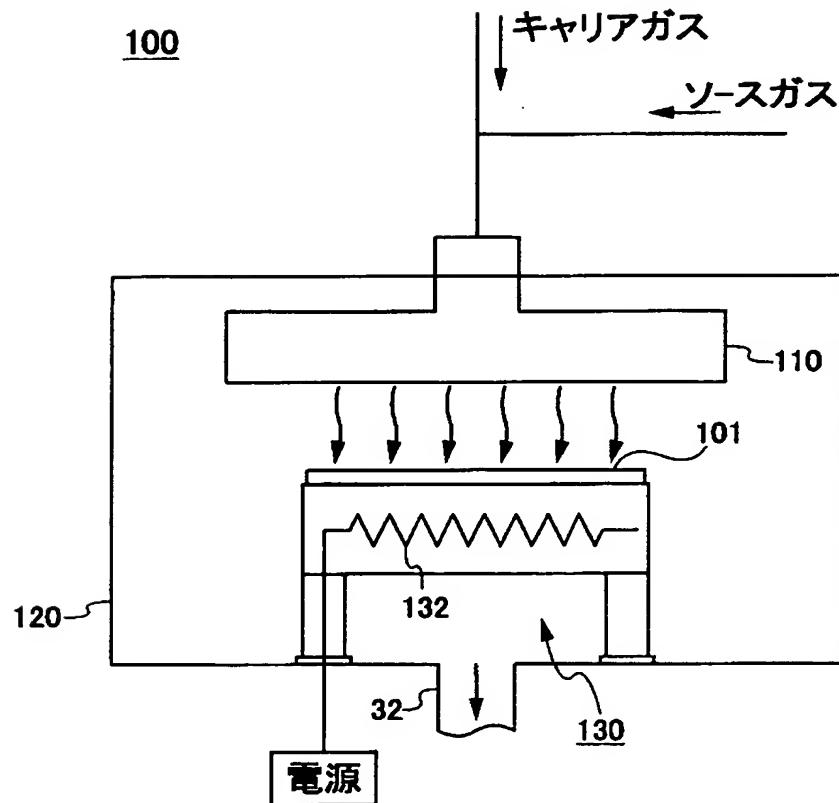
【符号の説明】

- 10 原料容器
- 12A 質量流量制御装置 (MFC)
- 12B 質量流量制御装置 (MFC)
- 14 ターボ分子ポンプ (TMP)
- 16 ドライポンプ (DP)
- 18 圧力計
- 20 バルブ
- 21 バルブ
- 23 バルブ
- 25 バルブ
- 26 バルブ
- 30 原料供給ライン
- 31 希釀ガスライン
- 32 排気ライン
- 33 プリフローライン
- 35 バイパスライン
- 40 フーリエ変換赤外分光光度計 (FTIR)
- 100 成膜装置
- 110 シャワーヘッド
- 120 処理容器
- 130 載置台
- 140 ゲートバルブ
- 200 原料供給装置

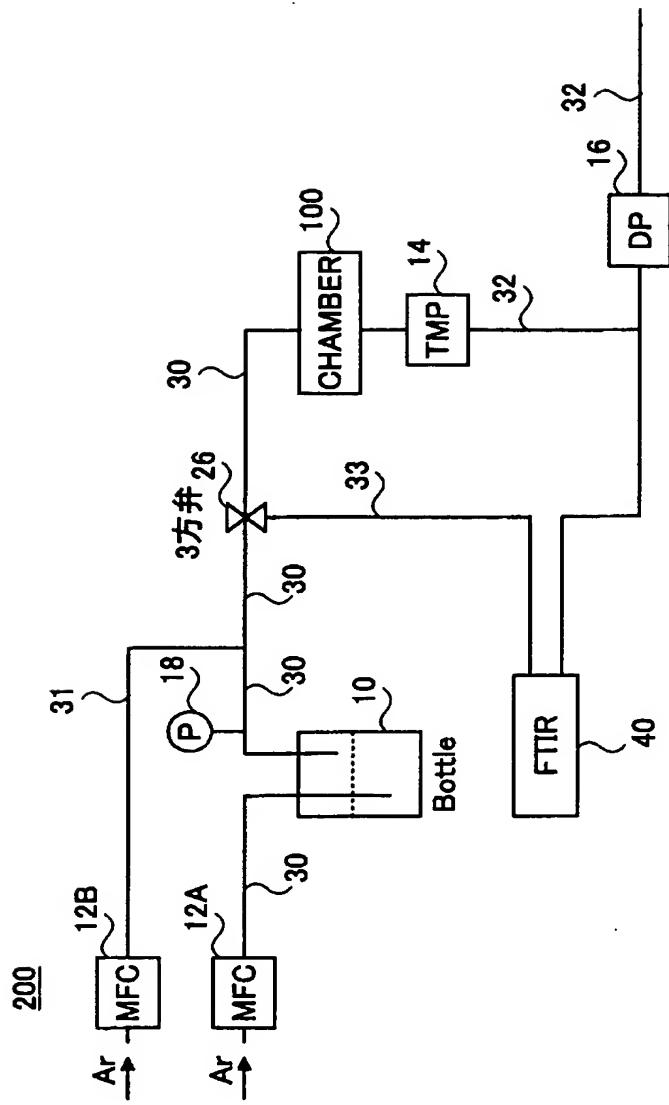
【書類名】

図面

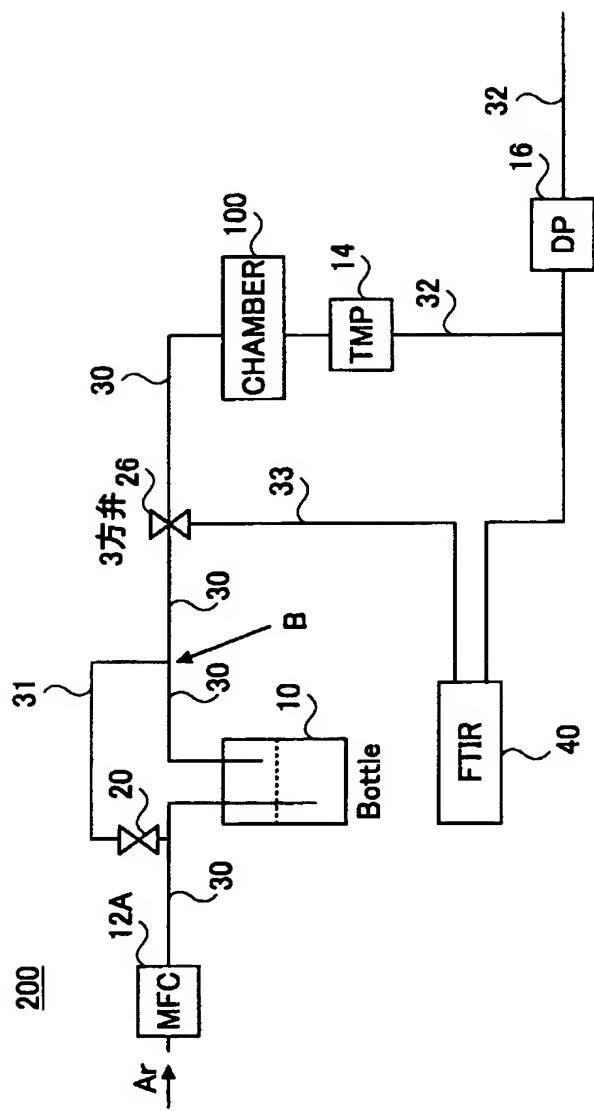
【図1】



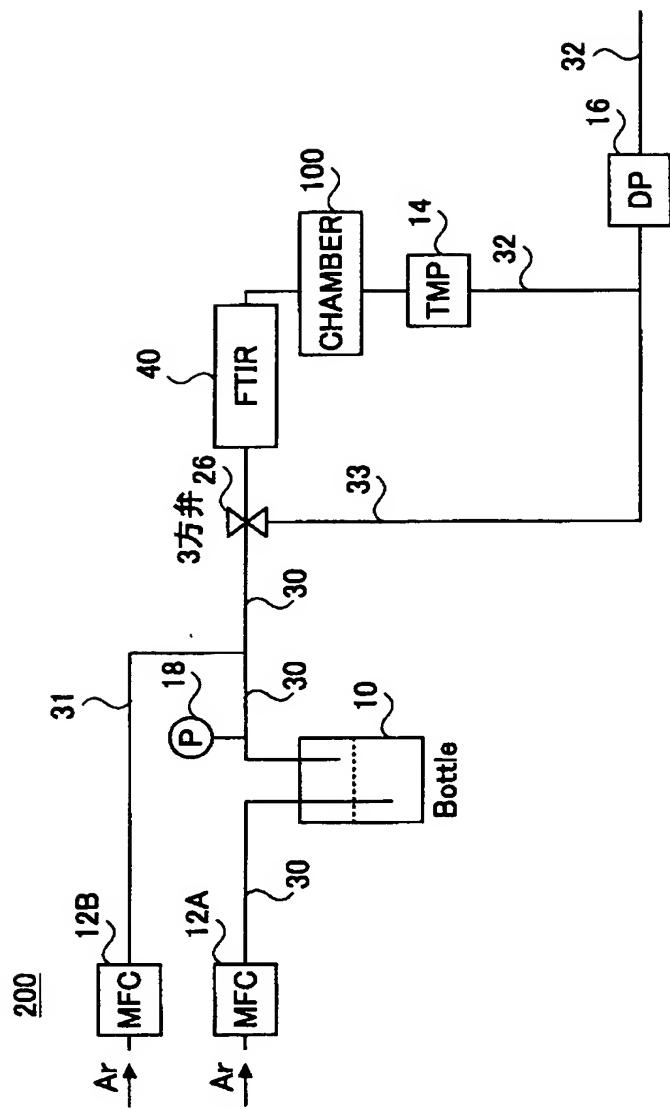
【図2】



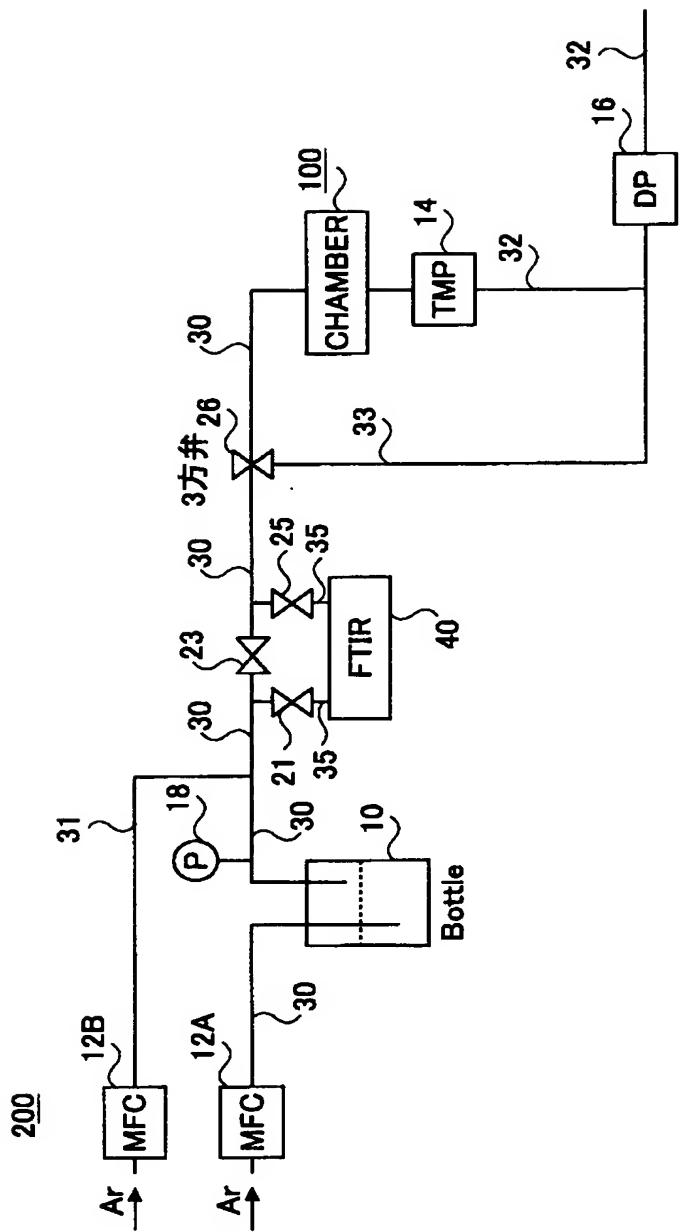
【図3】



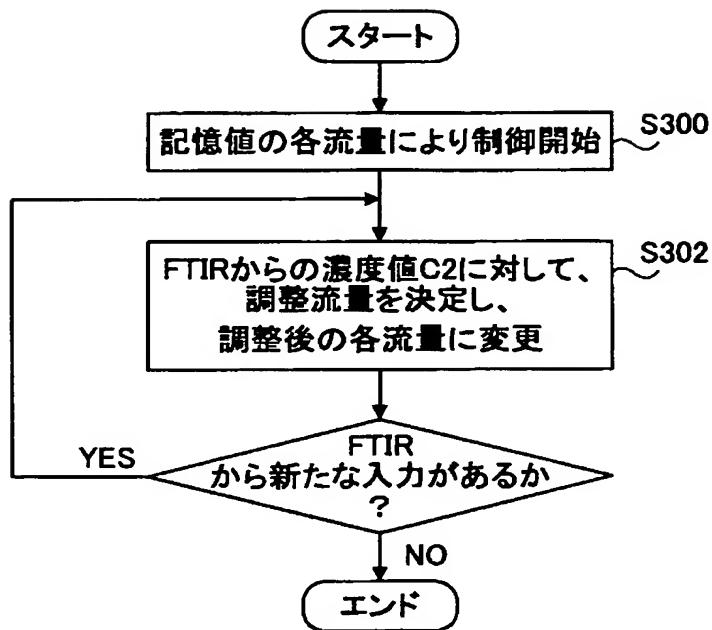
【図4】



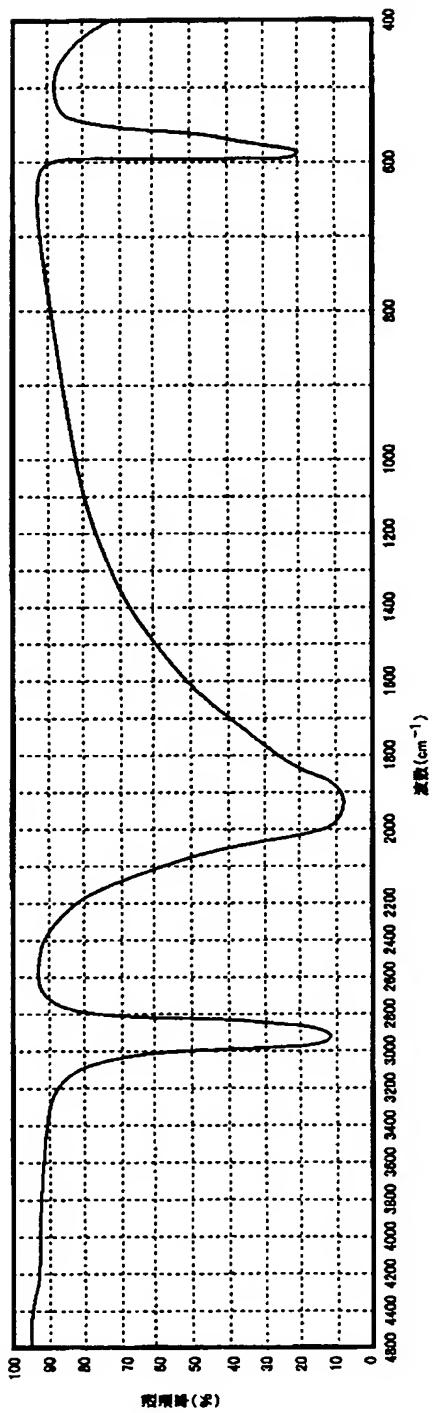
【図5】



【図6】



【図7】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 本発明は、低蒸気圧原料を使用したCVD法による成膜においても、キャリアガス中のソースガスの濃度を高精度且つ迅速に調整できる、CVD成膜装置の提供を目的とする。

【解決手段】 本発明は、成膜室に成膜用のソースガスを供給するための原料供給装置を備えた成膜装置であって、上記原料供給装置は、ソースガスを搬送するキャリアガス中の該ソースガスの濃度を測定する濃度測定手段と、上記ソースガスの測定濃度に基づいて、上記キャリアガスに付加する不活性ガスの流量を増減する不活性ガス流量制御手段とを含むことを特徴とする。不活性ガスの流量を増減することによって、簡易且つ迅速にソースガスの濃度を制御することができる。

【選択図】 図4

出願人履歴情報

識別番号 [000219967]

1. 変更年月日 1994年 9月 5日

[変更理由] 住所変更

住 所 東京都港区赤坂5丁目3番6号

氏 名 東京エレクトロン株式会社

2. 変更年月日 2003年 4月 2日

[変更理由] 住所変更

住 所 東京都港区赤坂五丁目3番6号

氏 名 東京エレクトロン株式会社